

Diss. A 278

UJABB TRIPHENYLMETHAN VE GYÜLETEKRŐL.

Bölcsészeti-doktori értekezés

írta

Varsányi Lilly.

Szeged
1925.

lwd. 30. p.

842 A Diss

1948. ÉVI KÖNYVTÁRSZÁMELŐZÉS



Diss. A 278

1948. évi kötet

ÁLTALÁNOS RÉSZ.

Methoxylt tartalmazó triphenylmethan vegyületek az utóbbi évtizedekben a halochromia jelenségének tanulmányozása szempontjából nyertek nagyobb jelentőséget. Különösen Hugo Kaufmann, ki e vegyület csoporttal talán legtöbbet foglalkozott, a triphenylcarbinolok redukciójával számos triphenylmethan vegyületet állított elő, melyeken, - a methoxyl csoport jelenléte következtében, - ásványi savak hatására beálló halochromia jelenségeket tüzetesebb tanulmány tárgyává tette.

A Kaufmann által végzett vizsgálatoknak számottevő eredményei tették kívánatossá, hogy hasonló tanulmányoknak lehetőleg mennél számosabb methoxylos triphenylmethan vegyületet vessünk alá, hogy ezáltal a halochromiát tanúsító vegyületekben bizonyos összefüggést, vagy törvény-

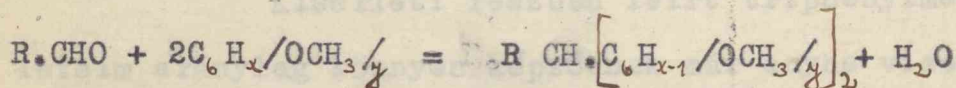
szerűséget még határozottabban mutathassunk ki.

Ezzel a célzattal kaptam dr. Széki professortól megbízást arra, hogy különböző, - részben már általa megállapított eljárásokkal, - minél számosabb, methoxyl csoportokat tartalmazó triphenylmethan vegyületet állítsak elő.

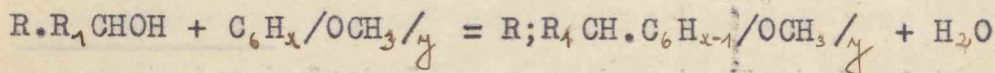
1./2./

Dr. Széki Tibor leírásai szerint methoxyiles triphenylmethan vegyületek könnyen nyerhetők phenolaetherek és aromás aldehydek vagy carbinolok kondenzálásával.

Az előbbi esetben az aldehyd csoport oxigénje lép ki két molekula phenolaether benzolgyűrűjének egy-egy hydrogénjével:



míg az utóbbiban a carbinol hydroxylje hasad le egy molekula phenolaether egy atom hydrogénjével:



1./ Ber.d.deutschchem.Ges. 44-1476./1911./

2./ Ber.d.deutschchem.Ges. 56-2468./1923./

Resorcindimethyl¹⁾ - és diaethylaethernek²⁾ aldehidekből képezett triphenylmethan származékait is megkísérelték előállítani; itt azonban a legtöbb esetben xanthen kötéssel bíró vegyületek keletkeztek.

A kísérleteimhez használt phenolaetherek közül az oxyhydrochinontrimethylaether bizonyult - minden esetben - a legkönnyebben reakcióba vihetőnek. A resorcindimethylaethert és veratrolt már csak egyes esetekben alkalmazhattam jó eredménnyel, míg a hydrochinondimethylaethert csak a benzhydróllal sikerült kondenzálnom. Az anisóllal és pyrogalloltrimethylaetherrel végzett kondenzációs kísérleteim pedig minden alkalommal meddőek maradtak.

Kísérleti részben leírt triphenylmethan vegyületeim aránylag könnyen képződnek már enyhe vízelvonószer - sósav gáz - hatására. Valamennyien kristályosak és elég alacsony olvadásponttal bírnak.

-
- 1./ Tholdalagi: Dokt.-ért. /1910./
 - 2./ Kéri P. : " " /1923./

A carbinolokból kapott termékek az oldatnak sósavgázzal való telítése után rendszerint hamarosan kiválnak kristályos állapotban. Kivételt képeznek a 2-3-dimethoxy-2'-methyl-triphenylmethan és a 2-5-dimethoxy-triphenylmethan, melyek csak egy, illetve négy heti állás után kristályosodtak ki. Az aldehidekből előállított vegyületek legnagyobb része csak úgy volt kristályos állapotba hozható, hogy a reakciós elegyet vízbe öntöttem, s az ekkor kiválott gyantás tömeget alkohollal kezeltem.

Az anyagok a használatos oldószerek legnagyobb részében jól oldódnak, és alkoholból valamennyi kristályosítható.

A benzhydrol veratrollal, resorcin - és hydrochinondimethylaetherrel minden nehézség nélkül kondenzálható volt. Ezen vegyületek, még pedig : a 2-3 dimethoxy-triphenylmethan, a 2-4 dimethoxy-triphenylmethan és a 2-5-dimethoxy-triphenylmethan teljesen azonosak voltak a 2

1. Ber. d. deutsch. chem. Ges. 37-3533./1904./

2. Ber. d. deutsch. chem. Ges. 43-1211./1910./

3. Ber. d. deutsch. chem. Ges. 38-2703./1905./

4. Székely T.: Ber. d. deutsch. chem. Ges. 49-1475./1922./

F. Sachs¹⁾ és H. Kaufmann^{2) 3)} által a megfelelő carbinolokból redukcióval előállított vegyületekkel, mely körülmény a felvett szerkezeti képletek helyességének megerősítésére szolgált.

A 2-methylbenzhydrolt oxyhydrochinontrimethylaetherrel, resorcindimethylaetherrel és veratrollal, míg a phenyl- α -naphtyl carbinolt csak az előbbi két phenol-aetherrel volt lehetséges kondenzálni. A phenyl-trimethoxyphenylcarbinol csak oxyhydrochinontrimethylaetherrel lépett reakcióba. Az utóbbi két komponensből előállított 2-4-5-2'-4'-5'-hexamethoxy-triphenylmethan azonosnak bizonyult a benzaldehd és oxyhydrochinontrimethylaetherből már régebben előállított vegyülettel.⁴⁾

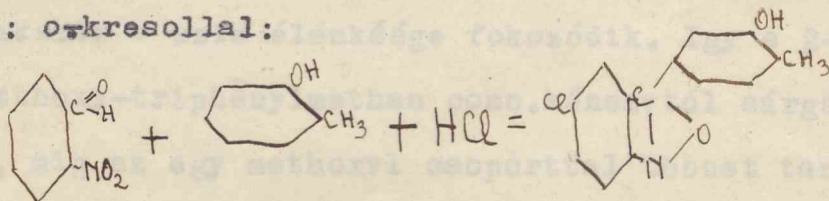
A trimethoxy-phenyl- α -naphtylcarbinol veratrollal és resorcindimethylaetherrel való kondenzálása már csak nehezen és rossz termeléssel sikerült.

-
- 1./ Ber.d.deutsch.chem.Ges. 37-3333./1904./
 - 2./ Ber.d.deutsch.chem.Ges. 43-1211./1910./
 - 3./ Ber.d.deutsch.chem.Ges. 38-2703./1905./
 - 4./ Széki T.:Ber.d.deutsch.chem.Ges.44-1476./1911./

A diphenylmethylcarbinol, a methyl-phenyl-benzylcarbinol és a toluylenhydrat oxyhydrochinontrimethylaetherrel aránylag könnyen volt kondenzálható, ugyszintén az opiánsav és az anisaldehyd. A veratrol az aldehydek közül csak benzaldehyddel és piperonallal volt kondenzálható.

Ortho-nitro-benzaldehydből oxyhydrochinontrimethylaetherrel a megfelelő triphenylmethan származék szintén előállitható volt. Ezen kondenzáció jelentősége abban rejlik, hogy az o-nitrobenzaldehyd, mint azt Zincke és Siebert¹⁾ tapasztalták dimethylanilinnel, phenollal és kresollal sósav jelenlétében úgy reagál, hogy a halogén belép a molekulába. Zincke tanulmányozva a keletkezett vegyületeket azt találta, hogy egy anthroxan származék képződött a következő reakció egyenlet értelmében.

Pl.: o-kresollal:



Sósav helyett chlorzinket használva kondenzáló szerül sikerült Zinckének a triphenylmethan származék előállítása.^B

Az o-nitrobenzaldehydet sósav hatására veratrollal kondenzálva halogén tartalmú vegyületet nyertem, melyről azonban ezideig kellő biztossággal nem sikerült megállapítanom, hogy tényleg a fentihez hasonló összetétellel bír-e, és így a kísérleti részben ezen vegyület közlését mellőztem.

Vegyületeim nagy része - mint már említettem - intenzíven színeződik tömény kénsavval oxoniumféleségek képződése közben, mely színeződés a folyadék vízbe öntésével eltűnik és az alapanyag regenerálódik.

Ha^a/molekulában a methoxyl csoportok száma növekszik a szín élénksége fokozódik. Így a 2-methyl-2'-4'-dimethoxy-triphenylmethan conc.kénsavtól sárgára színeződik, míg az egy methoxyl csoporttal többet tartalmazó 2-methyl-2'-4'-5'-trimethoxytriphenylmethan már sokkal élénkebb

barnás-sárga színnel oldódik a kénsavban, a 2-4-5-2',-4'-5'-hexamethoxytriphenylmethan pedig intenzív barnás-vörös színnel. A naphtylgyök jelenléte ibolyaszineződést okoz. Itt érdekes megfigyelni a színárnyalat különbséget az alapanyag és a keletkezett vegyület között. Például a phenyl- α -naphtylcarbinol kékes-ibolya szineződést mutat, míg az ebből keletkezett 2-4-5-trimethoxy-diphenyl- α -naphtylmethan határozottan vöröses árnyalatu ibolyára szineződik tömény kénsav hatására.

A következő táblázatból jól látható a szín erősségének fokozódása a methoxyl csoportok számának növekedésével.

A vegyület neve:	Halochrom szineződés:
2-3-dimethoxy-triphenylmethan	sárga
2-4-dimethoxy-triphenylmethan	sárga
2-5-dimethoxy-triphenylmethan	sárga
2-methyl-2'-3'-dimethoxy-triphenylmethan	sárga
2-methyl-2'-4'-dimethoxy-triphenylmethan	sárga
2-methyl-2'-4'-5'-trimethoxy-triphenylm.	barnás-sárga
Methyl-2-4-5-trimethoxy-triphenylmethan	barnás-sárga
2-4-5-trimethoxy-diphenyl-bezylmethan	barnás-sárga
Methyl-2-4-5-trimethoxy-diphenyl-benzylm.	barnás-sárga
2-3-2'-3'-tetramethoxy-triphenylmethan	barnás-vörös
1-2-methylen-dioxy-2'-3'-2"-3"-tetra- methoxy-triphenylmethan	meggy-vörös
2-4-5-2'-4'-5'-hexamethoxy-triphenyl- metan	barnás-vörös
2-4-5-2'-4'-5'-hexamethoxy-2"-nitrotri- phenylmethan	barnás-vörös
4-2'-4'-5'-2"-4"-5"-heptamethoxy-tri- phenylmethan	meggy-vörös
2-4-5-2'-4'-5'-2"-3"-octamethoxy-triphe- nylmethan-6"-carbonsav	meggy-vörös
2-4-dimethoxy-diphenyl- α -naphtylmethan	ibolya-vörös
2-4-5-trimethoxy-diphenyl- α -naphtylm.	ibolya-vörös
2-4-5-2'-3'-pentamethoxy-diphenyl- α - naphtylmethan	ibolya-vörös
2-4-5-2'-4'-pentamethoxy-diphenyl- α - naphtylmethan	ibolya-vörös

az analízishez 0,1 gr. átkristályosított anyagból 0,1895 gr.
szórt az égetőben.

0,8755 gr. CO₂ - 0,1120 gr. H₂O-v.

C, H, O, képletre

számt. értékek:

C% = 62,50

H% = 5,51

számt. értékek:

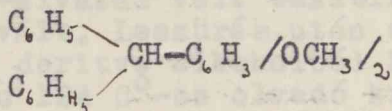
C% = 62,50

H% = 5,51

2-3-dimethoxy-triphenylmethan.

KISÉRLETI RÉSZ.

2-3-dimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. benzhydrolt feloldottam 6 cm³ jég-ecetben, 1.5 gr. veratrollal elegyítettem és jeges hűtés közben száraz sósav gázzal telítettem, a folyadék színe vörösre változott. 12 órai állás után apró fehér kristályok váltottak ki, melyeket a sósavas oldattól való elkülönítés után alkoholból kristályosítottam. Termelés 1.5 gr. Szép fehér tűalakú ill C⁰-on olvadó kristályok.

Oldják: aceton, chloroform, benzol, széndisulfid.

Alig oldja: ligroin.

Conc.kénsav sárga színnel oldja.

Az analízishez újra átkristályosított anyagból 0.1896 gr. adott az égetésnél:

0.5756 gr. CO₂ -t és 0.1120 gr. H₂O-t.

C₂₁H₂₀O₂ képletre

talált értékek:

C% = 82.80

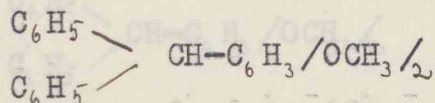
H% = 6.61

számított értékek:

C% = 82.85

H% = 6.63

2-4-dimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. benzhydrol és 1.5 gr. resorcindi-methylaether jégecetes oldatát, -- mint fent -- sósav gázzal telítettem. A vörös reakciós elegyben már egy óra után dús kristály-kiválás volt észlelhető és 24 órai állás után tökéletessé vált. Leszűrés után a rózsaszínű kristályokat csontszénnel derítve alkoholból kristályosítottam. Apró fehér tűalakú 124 C°-on olvadó kristályok. Termelés 2 gr.

Oldják: benzol, chloroform, aceton, széndisulfid.

Alig oldja: ligroin.

Conc. kénsav sárga színnel oldja.

0.1531 gr. anyag adott az égetésnél:

0.4644 gr. CO₂-t és 0.0965 gr. H₂O-t.

C₂₁H₂₀O₂ képletre

talált értékek:

C% = 82.73

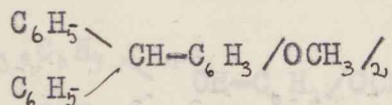
H% = 6.62

számított értékek:

C% = 82.85

H% = 6.63

2 - 5-dimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. benzhydrol és 1.5 gr. hydrochinondimethyl-aether jégecetes oldatát az előbb leírt eljárással teljesen analog módon kezeltem. 24 óra után olajos termék vált ki, mely csak 4 heti állás után változott kristályossá. Termelés 1.4 gr. Alkoholból átkristályosítva 105 C°-on olvadó fehér tűalakú kristályokat kaptam.

Oldják: benzol, chloroform, acetone, széndisulfid.

Alig oldja: ligroin.

Conc. kénsav sárga színnel oldja.

Az analysishez kétszer átkristályosított anyagból 0.2086 gr. adott az égetésnél:

0.6330 gr. CO₂-t és 0.1272 gr. H₂O-t

C₂₁H₂₀O₂ képletre

talált értékek:

C% = 82.76

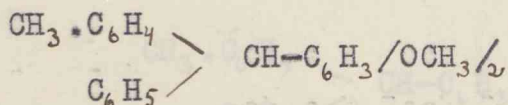
H% = 6.82

számított értékek:

C% = 82.85

H% = 6.63

2-methyl-2'-3'-dimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. 2-methylbenzhydrolt - melyet toluylmagnesiumbromid és benzaldehyd kondenzációja révén állítottam elő - jégecetben 1.4 gr. veratrollal elegyítve sósav gázzal telítettem. Hamarosan vörös olajos termék váltott ki, mely 10 napi állás után kristályos tömeggé meredt. Alkoholból való átkristályosítással tisztítottam. Olvadáspontja: 84 C°.

Oldják: chloroform, benzol, aceton.

Alig oldja: ligroin.

Conc. kénsav sárga színnel oldja.

0.1782 gr. anyag adott az égetésnél:

0.5413 gr. CO₂-t és 0.1110 gr. H₂O-t.

C₁₂H₁₂O₂ képletre

talált értékek:

C% = 82.85

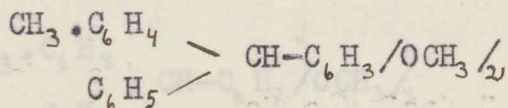
H% = 6.97

számított értékek:

C% = 82.93

H% = 6.97

2-methyl-2'-4'-dimethoxy-triphenylmethan.



2gr. 2-methylbenzhydrolt és 1.4 gr. resorcin-dimethylaethert jégecetes oldatban sósavgázzal telítettem. A gyengén rózsaszínű folyadékban kb. 2 óra múlva megindult a kristályosodás. Alkoholból átkristályosítva 115 C°-on olvadó apró fehér kristályok. Termelés: 1.8 gr.

Oldják: aceton, benzol, chloroform.

Alig oldja: ligroin.

Conc. kénsav sárga színnel oldja.

Az analysishez kétszer átkristályosított anyagból 0.1672 gr. adott az égetésnél:

0.5087 gr. CO₂-t és 0.1039 gr. H₂O-t.

C₁₂H₂₂O₂ képletre:

talált értékek:

C% = 82.98

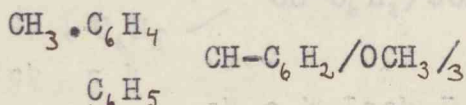
H% = 6.95

számított értékek:

C% = 82.93

H% = 6.97

2-methyl-2'-4'-5'-trimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. 2-methylbenzhydrol és 1.7 gr. oxyhydrochinontrimethylaether jégecetes oldatába hűtés közben sósav gázt vezettem. Röviddel a telítés után a zöld színű reakciós elegyből fehér kristályok váltottak ki. Nyers termék 2.2 gr. Alkoholból átkristályosítva 100 C°-on olvadó fehér tűalakú kristályok.

Oldják: aceton, benzol, chloroform.

Alig oldja: forró ligroin.

Conc.kénsav barnás-sárga színnel oldja.

Az analysishez újra átkristályosított anyagból 0.1583 gr. adott az égetésnél:

0.4596 gr. CO₂-t és 0.0978 gr. H₂O-t.

C₂₃H₂₄O₃ képletre

talált értékek:

C% = 79.18

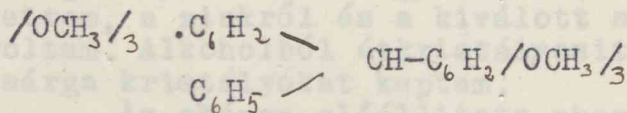
H% = 6.914

számított értékek:

C% = 79.26

H% = 6.94

2 -4-5-2'-4'-5'-hexamethoxy-triphenilmethan.



Ezen vegyület kiindulási alapanyaga a phenyl-2-4-5-trimethoxyphenylcarbinol volt, melyet a következő eljárással állítottam elő: 6 gr. oxyhydrochinon-trimethylaethert 60 cm³ benzolban feloldottam, 5 gr. bezoychloridot és 4 gr. frissen megolvasztott chlorzinket adtam hozzá. Olajfürdőn visszafolyós hűtővel addig forráltam, amíg a sósav fejlődése megszűnt, ami kb. 10 óra leforgása alatt következett be. A reakció befejezése után a benzolt ledestilláltam és a visszamaradó olajos anyagot nátricarbonáttal, majd sósavas vízzel mostam. 2 napi állás után az olajos termék megszilárdult. Alkoholból átkristályosítva 94 C^o-on olvadó kristályok.

0.1720 gr. anyag adott az égetésnél:

0.4440 gr. CO₂-t és 0.0917 gr. H₂O-t.

C₁₆ H₁₆ O₄ képletre

talált értékek:

C% = 70.40

H% = 5.96

számított értékek:

C% = 70.59

H% = 5.93

Az így kapott phenyl-2-4-5-trimethoxyphenyl-ke-ton redukcióját a megfelelő carbinol nyerése végett a következőképen hajtottam végre:

5. gr. anyagot feloldottam 100 cm³ alkoholban, 25 gr. zinkpor és 50 - 60 cm³ tömény kálihydrát elegyével néhány napig meleg helyen állni hagytam. Az oldatot ezután CO₂-dal telítettem, a zinkről és a kiválatott sókról leszűrtem és bepároltam. Alkoholból átkristályosítva 65 C°-on olvadó apró sárga kristályokat kaptam.

Az eképen előállított phenyl -2-4-5-trimethoxy-phenylcarbinol 2 gr.-jának jégecetes oldatához 1.5 gr. oxy-hydrochinontrimetylaethert adtam és hűtés közben sósav gázzal telítettem. Már egy óra múlva a zöld reakciós elegyben megindult a kristályos-kiválás és 24 óra alatt tökéletessé vált. Alkoholból átkristályosítva szép fehér 130 C°-on olvadó kristályok.

Oldják: chloroform, benzol, forró jégecet.

Conc. kénsav barnás-vörös szinnel oldja.

Az analízishez újra átkristályosított anyagból 0.2436 gr. adott az égetéshez:

0.6390. gr. CO₂-t és 0.1470 gr. H₂O-t.

C₂₇H₂₈O₆ képletre

talált értékek:

C% = 71.54

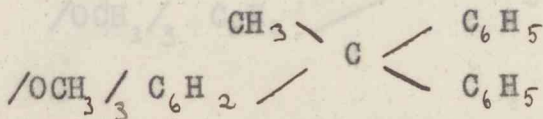
H% = 6.75

számított értékek:

C% = 71.74

H% = 6.748

Methyl-2-4-5-trimethoxy-triphenylmethan.



2 gr. diphenyl-methylcarbinol és 1 gr. oxyhydrochinontrimethylaether jégecet es oldatába sósav gázt vezettem. Az oldat a gáz bevezetés alatt zöldes-sárgára színeződött és 1 óra múlva barna kristály tömeggé meredt. Alkoholból átkristályosítva fehér színű 121 C-on olvadó kristályok.

Oldják: benzol, aceton.

Conc. kénsav barnás-sárga színnel oldja.

Az analízishez kétszer átkristályosított anyagból 0.1786 gr. adott az égetésnél:

0.5188 gr. CO₂-t és 0.1099 gr. H₂O-t.

C₂₃H₂₄O₃ képletre

talált értékek:

C% = 79.25

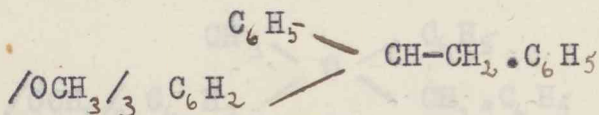
H% = 6.89

számított értékek:

C% = 79.28

H% = 6.95

2-4-5-trimethoxy-diphenyl-benzylmethan.



2 gr. toluylenhydrat és 1 gr. oxyhydrochinon-trimethylaether jégecetes oldatát sósav gázzal teltettem. Rövidesen megindult a kristálykiválás. Alkoholból átkristályosítva fehér színű 84 C°-on olvadó kristályokat kaptam.

Oldják: acetone, benzol.

Conc. kénsav barnás-sárga színnel oldja.

Analízishez újra átkristályosított anyagból 0.1815 gr. adott az égetésnél:

0.5289 gr. CO₂-t és 0.1103 gr. H₂O-t.

C₂₃H₂₄O₃ képletre

talált értékek:

C% = 79.44

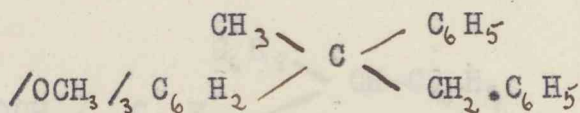
H% = 6.80

számított értékek:

C% = 79.28

H% = 6.94

Methyl-2-4-5-trimethoxy-diphenyl-benzylmethan.



2 gr. methyl-phenyl-benzylcarbinolt jég-acetben feloldottam és 1 gr. oxyhydrochinon-trimethylaether-rel elegyítettem, s az előbbiekkal analóg módon kezeltem. Nemsokára a sósav bevezetése után fehér kristályok váltak ki, melyeket alkoholban való kristályosítással tisztítottam. Szép fehér lll C⁰-on olvadó kristályok.

Oldják: benzol, aceton.

Conc. kénsav barnás-sárga színnel oldja.

0.1849 gr. anyag adott az égetésnél:

0.5387 gr. CO₂-t és 0.1201 gr. H₂O-t.

C₂₄H₂₆O₃ képletre

talált értékek:

C% = 79.48

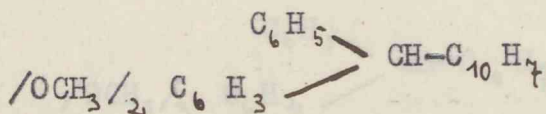
H% = 7.26

számított értékek:

C% = 79.51

H% = 7.23

2-4-dimethoxy-diphenyl- α -naphtylmethan.



2 gr. phenyl- α -naphtylcarbinolt, melyet naphtylmagnesiumbromidból bensaldehyddel kondenzálva állítottam elő, - 1.2 gr. resorcindimethylaetherrel jégecetes oldatban hűtés közben sósav gázzal telítettem. Már a gáz bevezetése közben megindult a kristálykiválás. Nyerstermény 3 gr. Forró alkoholból csontszénnel derítve kristályosítottam át. 142 C°-on olvadó fehér igen apró kristályok.

Oldják: benzol, chloroform, aceton.

Conc. kénsav vöröses-ibolya színnel oldja.

Analízishez alkoholból háromszor átkristályosított anyagból 0.1600 gr. adott:

0.4966 gr. CO₂-t és 0.0890 gr. H₂O-t;
és 0.1556 gr. anyag adott:

0.4822 gr. CO₂-t és 0.0894 gr. H₂O-t.

C₂₅H₂₂O₂ képletre

talált értékek:

számított értékek:

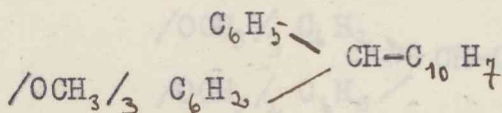
C% = 84.65 és 84.52

C% = 84.70

H% = 6.22 és 6.42

H% = 6.26

2-4-5-trimethoxy-diphenyl- α -naphthylmethan.



2 gr. phenyl- α -naphthylcarbinol jégecetes oldatát 1.5 gr. oxyhydrochinontrimethylaetherrel elegyítettem és sósav gázzal telítettem. Olajos terméket kaptam, melyből azonban rövidesen kristályok váltak ki. Nyers termény 3 gr. Alkoholból átkristályosítva 96 C^o-on olvadó fehér színű kristályok.

Oldják: benzol, jégecet, aceton.

Conc. kénsav vöröses-ibolya színnel oldja.

Analízishez többször átkristályosított anyagból 0.1698 gr. adott az égetésnél:

0.5155 gr. CO₂-t és 0.0955 gr. H₂O-t.

C₂₆H₂₄O₃ képletre

talált értékek:

C% = 80.92

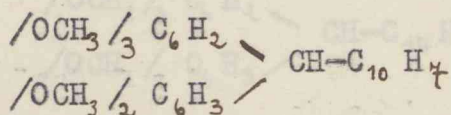
H% = 6.15

számított értékek:

C% = 81.10

H% = 6.25

2-4-5-2'-3',-pentamethoxy-diphenyl- α -naphthylmethan.



2gr. trimethoxyphenyl- α -naphthylcarbinol és 1 gr. veratrol jégecetes oldatába sósav gázt vezettem. Kristálykiválás még hosszabb idei állás után sem indult meg. A reakciós elegyet vízbe öntöttem és a kapott olajos terméket még néhányszor vízzel kimostam, majd alkoholban feloldottam. Fehér, apró kristályokat kaptam, igen rossz termeléssel és csak négyszeres átrkítályosítással tudtam az alapanyagtól megtisztítani. Olvadáspontja: 147 C°.

Oldják: chloroform, benzol, aceton.

Conc. kénsav vöröses-ibolya színnel oldja.

0.1682 gr. anyag adott az égetésnél:

0.4635 gr. CO₂-t és 0.0962 gr. H₂O-t.

C₂₈H₂₈O₅ képletre

talált értékek:

C% = 75.16

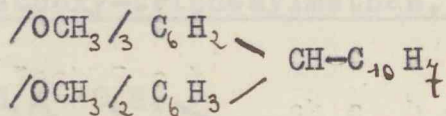
H% = 6.40

számított értékek:

C% = 75.64

H% = 6.35

2-4-5-2'-4'-pentamethoxydiphenyl- α -naphthylmethan.



2 gr. trimethoxy-phenyl- α -naphthylcarbinol és 1 gr. resorcindimethylaether jégecetes oldatát az előbb leírt módon sósavval kezeltem. Kristályos állapotba hozni a vegyületet ez esetben is csak úgy tudtam, hogy a reakciós elegyet vízbe öntöttem és az így kapott olajat alkoholban felaláldottam. A termelés itt is kicsiny volt. Fehér, igen apró kristályok, melyek 120 C°-on olvadnak.

Oldják: benzol, chloroform, aceton.

Conc. kénsav vöröses-ibolya színnel oldja.

0.1140 gr. anyag adott az égetésnél:

0.3170 gr. CO₂-t és 0.0664 gr. H₂O-t.

C₂₈H₂₆O₅ képletre

talált értékek:

C% = 75.84

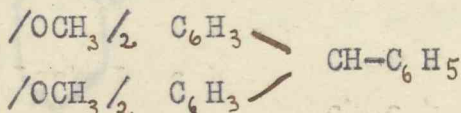
H% = 6.51

számított értékek:

C% = 75.64

H% = 6.35

2-3-2'-3'-tetramethoxy-triphenylmethan.



1 gr. benzaldehyd / 1 mol. / és 2.5 gr. veratrol / 2 mol. / jégecetes oldatába sósav gázt vezettem. Mivel kristályok még két nap múlva sem váltak ki, a reakciós elegyet vízbe öntöttem, és az így nyert olajat vízzel egynéhányszor dekantáltam, majd alkoholban feloldottam. Fehér kristályokat kaptam, melyeket alkoholból való átkristályosítással tisztítottam. Olvadás pontja: 120 C°.

Oldják: benzol, chloroform, aceton.

Conc. kénsav barnás-vörös színnel oldja.

Az analysishez újra átkristályosított anyagból 0.1902 gr. adott: az égetésnél:

0.5284 gr. CO₂-t és 0.1154 gr. H₂O-t.

C₂₃H₂₄O₄ képletre

talált értékek:

C% = 75.77

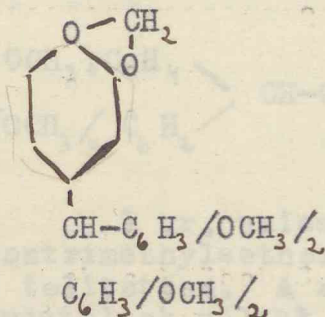
H% = 6.72

számított értékek:

C% = 75.83

H% = 6.646

1-2-methylenedioxy-2'-3'-2"-3"tetramethoxy-triphenylmethan.



1.5 gr. piperonál / 1 mol./ és 3 gr. veratrol / 2 mol./ jégecetes oldatába félóra hosszat vezettem hűtés közben száraz sósav gázt. Az oldat vörös színű lett, de a kristályosodás még két nap múlva sem indult meg. Az elemet ekkor vízbe öntöttem és apohár aljára leüllyesztett olajat alkohollal kezeltem, mikor is fehér színű kristályokat kaptam. Alkoholból átkristályosítva 136 C°-on olvadó fehér kristályokat kaptam.

Oldják: benzol, chloroform.

Conc. kénsav meggy-vörös színnel oldja.

0.1480 gr. anyag adott az égetésnél :

0.3829 gr. CO₂-t és 0.0816 gr. H₂O-t.

C₂₄H₂₄O₆ képletre

talált értékek:

C% = 70.56

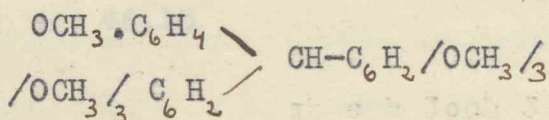
H% = 6.16

számított értékek:

C% = 70.55

H% = 5.93

4-2'-4'-5,-2"-4"-5"-heptamethoxy-triphenylmethan.



1 gr. anisaldehyd / 1 mol./ és 2.5 gr. oxyhydrochinontrimethylaether jégecetes oldatát száraz sósav gázzal telítettem. A reakciós elegyből hamarosan fehér apró kristályok váltak ki, melyeket alkoholból többször átkristályosítottam. Szép, tűalakú 130 C°-on olvadó kristályok.

Oldjék: aceton, benzol, chloroform.

Conc. kénsav meggyvörös színnel oldja.

Az analyziséknél 0.1792 gr. anyag adott:

0.4464 gr. CO₂-t és 0.1069 gr. H₂O-t és
0.1800 gr. anyag adott:

0.4480 gr. CO₂-t és 0.1066 gr. H₂O-t.

C₂₆H₃₀O₇ képletre

talált értékek:

számított értékek:

C% = 67.96 és 67.88

C% = 68.71

H% = 6.67 és 6.62

H% = 6.65

CH₃O meghatározás Zeisl szerint:

anyag: 0.2440 gr.

AgJ = 0.8494 gr.

" : 0.2898 "

" = 1.0131 "

Talált értékek:

$$\text{CH}_3\text{O} \% = 45.95$$

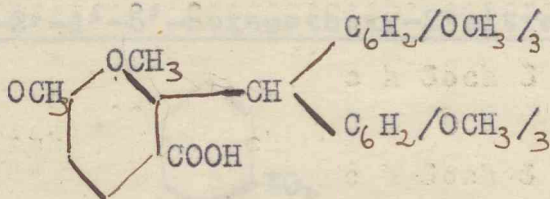
$$" \% = 46.15$$

Számított érték:

$$\text{CH}_3\text{O} \% = 47.8$$

Az analysis eredményei nem fedik tökéletesen a triphenylmethan vegyületből számított értékeket, de ezideig még nem sikerült határozottan megállapítanom a kapott vegyület szerkezetét.-

2-4-5-2'-4'-5'-2"-3"-octamethoxy-triphenylmethan-6"-carbonsav.



2 gr. opiansavat / 1 mol./ feloldottam 6 cm³ jégecetben, 3.2 gr. oxyhydrochinontrimethylaetherrel / 2mol./ elegyitettem és száraz sósav gázzal telítettem. Gázbevezetés közben a folyadék rózsaszínű lett, majd pedig megkékült. 2 napi állás után vízbe öntöttem és a kapott olajos termék alkoholban feloldva^{sz} kristályosan jó termeléssel kiváltott. Alkoholból átkristályosítva apró, fehér 161 C°-on olvadó kristályok, melyek nátronlugban oldódnak, /bizonyíték a COOH csoport jelenlétére,/. Termelés 3 gr.

Oldják: benzol, aceton.

Conc. kénsav meggyvörös színnel oldja.

0.1954 gr. anyag adott az égetésnél:

0.4548 gr. CO_2 -t és 0.1087 gr. H_2O -t.

$\text{C}_{28}\text{H}_{32}\text{O}_{10}$ képletre

talált értékek:

C% = 63.48

H% = 6.22

számított értékek:

C% = 63.60

H% = 6.107

2-4-5-2'-4'-5'-hexamethoxy-2"nitrotriphenylmethan.



$\text{CH} - \text{C}_6\text{H}_4/\text{OCH}_3/3$

$\text{C}_6\text{H}_4/\text{OCH}_3/3$

1 gr. orthonitrobenzaldehyd / 1 mol. / 3 cm^3
jégecetben való oldatához 2.2 gr. oxyhydrochinontrimethyl-
aethert / 2 mol. / adtam és sósav gázzal telítettem. A
reakciós elegy barnás vörös lett és 24 óra múlva sárga
színű kristályok váltottak ki. Alkoholból átkristályosít-
va 161 $^\circ\text{C}$ -on olvadó sárga tű alakú kristályok. Termelés
2 gr.

Oldják: jégecet, benzol, aceton.

Conc. kénsav barnás-vörös színnel oldja.

0.1802 gr. anyag adott az égetésnél:

0.4240 gr. CO_2 -t és 0.9721 gr. H_2O -t.

$\text{C}_{25}\text{H}_{27}\text{O}_8\text{N}$ képletre

talált értékek:

C% = 64.17

H% = 6.037

számított értékek:

C% = 63.93

H% = 5.80

Dolgozatomat a M. Kir. Ferencz József Tudományegyetem I. számú Vegytani Intézetében készítettem. Hálás köszönetet mondok ez uton is Dr. Széki Tibor professzor úrnak, aki állandó érdeklődésével és tanácsaival lehetővé tette munkám sikeres befejezését.

Kelt Szegeden 1925. év március havában.